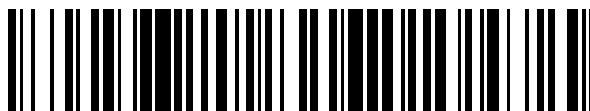


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 669 319**

51 Int. Cl.:

B01D 11/04 (2006.01)
C07C 51/48 (2006.01)
C07C 55/10 (2006.01)
C07C 57/13 (2006.01)
C07C 57/15 (2006.01)
C12P 7/56 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.12.2012** **PCT/EP2012/076696**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.06.2013** **WO13093028**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.12.2012** **E 12806501 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018** **EP 2794544**

54 Título: **Extracción de ácido láctico**

30 Prioridad:

23.12.2011 EP 11195691
23.12.2011 US 201161579730 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
24.05.2018

73 Titular/es:

PURAC BIOCHEM BV (100.0%)
Arkelsedijk 46
4206 AC Gorinchem, NL

72 Inventor/es:

DE HAAN, ANDRÉ, BANIER;
VAN KRIEKEN, JAN y
ĐEKIC ZIVKOVIC, TANJA

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 669 319 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Extracción de ácido láctico

La invención se dirige a un procedimiento para preparar una solución de ácido láctico usando extracción.

El aislamiento de ácido láctico a partir de una mezcla acuosa que comprende impurezas tales como sales, puede ser difícil. El ácido láctico se puede fabricar por la fermentación de una fuente de carbono, tal como carbohidratos o glicerol, mediante microorganismos. En tal proceso de fermentación, una fuente de carbohidratos típicamente se fermenta por medio de un microorganismo para formar ácido láctico.

El líquido en el que se fermenta la fuente de carbohidratos se denomina caldo de fermentación o medio de fermentación.

La formación de ácido láctico durante la fermentación dará como resultado una disminución del pH del caldo de fermentación. Como tal disminución del pH puede dañar el proceso metabólico del microorganismo, es una práctica común añadir un agente neutralizante, es decir, una base, en los medios de fermentación para neutralizar el pH. Como resultado, el ácido láctico producido en los medios de fermentación está presente típicamente en forma de una sal de lactato.

Aunque hay microorganismos que son en cierta medida resistentes a ambientes ácidos, de modo que la fermentación puede realizarse a un pH bajo (por ejemplo, a un pH de 3), incluso en estos procesos, al menos una parte del ácido láctico se obtiene como sal de lactato.

Para recuperar el ácido láctico del caldo de fermentación después de la fermentación, se requiere un procesamiento posterior. En dicho procesamiento, la sal de lactato en el caldo de fermentación necesita convertirse en ácido láctico. Además, el ácido láctico (o lactato si aún no se ha convertido) debe aislarse del caldo de fermentación. Como un caldo de fermentación comprende muchos compuestos, que incluyen cantidades significativas de biomasa (tal como microorganismos) y sal (que se originan del agente neutralizante), recuperar y aislar el ácido láctico puede ser bastante complejo, requiriendo típicamente múltiples etapas de procesamiento y generando material de desecho, en particular residuos salinos.

El documento WO95/03268 describe un proceso para recuperar un ácido orgánico de un caldo de fermentación clarificando el caldo para eliminar al menos una parte sustancial de las impurezas en el mismo, produciendo una alimentación clarificada; acidificar la alimentación clarificada añadiendo una cantidad de un ácido mineral eficaz para disminuir el pH de la alimentación hasta entre aproximadamente 1,0 y aproximadamente 4,5, produciendo una alimentación acidulada que está sustancialmente saturada con respecto a al menos un electrolito seleccionado del grupo que consiste en MHSO_4 , M_2SO_4 , M_3PO_4 , M_2HPO_4 , MH_2PO_4 y MNO_3 , donde M se selecciona del grupo que consiste en Na, NH_4 y K; extraer la alimentación acidulada con una mezcla de extracción que incluye (a) agua, (b) un ácido mineral, en una cantidad efectiva para mantener el pH de la alimentación entre aproximadamente 1,0 y aproximadamente 4,5, y (c) un disolvente oxigenado que tiene una miscibilidad limitada con agua. La extracción produce un extracto disolvente y un primer refinado. El extracto de disolvente se somete a extracción inversa con un líquido acuoso, produciendo de este modo un extracto acuoso rico en ácido orgánico y un refinado disolvente agotado en ácido orgánico.

El documento WO00/17378 describe la fabricación de ácido láctico mediante fermentación, ajuste del pH con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ o $\text{Mg}(\text{OH})_2$, adición de HCl y extracción con un disolvente seleccionado entre aminas, alcoholes y éteres, preferiblemente alcohol isoamílico, éter diisopropílico, y Alamina 336. El disolvente que contiene el ácido láctico se pone luego en contacto con agua para generar una solución de ácido láctico, que se procesa adicionalmente.

El documento CN101979368 describe la extracción de ácido a partir de una solución que contiene una sal. La sal puede ser una sal de cloruro de sodio. El extractante es metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, acetona, etilenglicol, dietiléter, acetato de metilo o acetato de etilo.

El documento JP8-337552 describe la conversión de una sal de ácido en ácido usando ácido sulfúrico o HCl. El ácido puede ser, por ejemplo, ácido láctico. La extracción tiene lugar con un compuesto de tipo heterociclo saturado oxigenado, por ejemplo, tetrahydrofurano.

Existen varios problemas asociados con los procesos descritos en las referencias mencionadas anteriormente. Un problema particular con la secuencia de extracción seguida de la extracción inversa es la formación de líquidos diluidos. Generalmente, cuando un compuesto se extrae del agua usando un líquido orgánico, y posteriormente se extrae del líquido orgánico usando agua, la concentración del compuesto en el líquido acuoso del producto es menor que la del líquido acuoso de partida. Esto es por supuesto una desventaja, ya que genera líquidos diluidos que requieren una mayor concentración.

Por lo tanto, es necesario en la técnica un proceso de extracción/extracción inversa de ácido láctico, que permita el aislamiento de un ácido láctico a partir de una sal: disolución, sin la formación de soluciones ácidas diluidas, y sin la formación de cristales de sal. La presente invención proporciona dicho proceso.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para recuperar ácido láctico a partir de una mezcla acuosa que comprende las etapas de:

- proporcionar una mezcla acuosa que comprende ácido láctico y al menos 5% en peso de cloruro de magnesio disuelto, con base en el peso total de agua y material disuelto en la mezcla acuosa,

10 -
- extraer el ácido láctico de la mezcla acuosa en un primer líquido orgánico que comprende al menos 90% en peso de un disolvente orgánico seleccionado del grupo que consiste en cetonas C5+, dietiléter y metil-terc-butiléter, obteniendo así una solución orgánica de ácido láctico y un líquido residual acuoso que comprende cloruro de magnesio, y

15 -
- extraer el ácido láctico de la solución orgánica de ácido láctico en un líquido acuoso, obteniendo de ese modo una solución acuosa de ácido láctico y un segundo líquido orgánico.

20 Se encontró que el proceso de acuerdo con la invención, que se caracteriza por el uso de un ácido específico, a saber, un ácido láctico, en combinación con una sal específica, a saber, un cloruro de magnesio, en una cantidad específica, concretamente en una cantidad de al menos 5% en peso de cloruro de magnesio disuelto, en combinación con un disolvente específico conduce a un proceso en el que la concentración del ácido láctico en la solución acuosa obtenida después de la extracción directa y extracción inversa es mayor que en la mezcla acuosa antes de la extracción. Este efecto de concentración es, por ejemplo, ventajoso cuando debe concentrarse la solución acuosa de ácido láctico obtenida después de la extracción inversa, en cuyo caso se ahorran costes energéticos al tener que evaporar menos agua para obtener una cierta concentración de ácido láctico. Otras ventajas del proceso de acuerdo con la invención se harán evidentes a partir de la memoria descriptiva adicional.

30 Se hace notar que el documento US2710880 describe la recuperación de ácido láctico a partir de una solución acuosa usando un alcohol o un disolvente de cetona miscible en agua, que preferiblemente tiene 3-4 átomos de carbono. La solución contiene una sal, que preferiblemente es un sulfato. El disolvente se elimina del extracto por destilación. El documento GB280969 describe la extracción de ácido láctico usando un éter o un alcohol superior en presencia de un sulfato soluble derivado de ácido sulfúrico. El ácido fosfórico y el ácido oxálico se mencionan como alternativas.

35 Se observa que el documento CN101979368 describe la extracción de ácido de una solución que contiene una sal. El extractante es metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, isobutanol, acetona, etilenglicol, dietiléter, acetato de metilo o acetato de etilo.

40 El documento JP8-337552 describe la conversión de una sal de ácido en ácido, seguida de la extracción que tiene lugar con un disolvente de tipo heterociclo saturado oxigenado.

45 El documento GB173479 describe la reacción de lactato de magnesio con un ácido adecuado, seguido de extracción. La acidificación se lleva a cabo con ácido sulfúrico; la extracción se lleva a cabo con acetona o éter, adaptados para disolver el ácido láctico. El disolvente se elimina por evaporación o destilación.

Ninguna de las referencias discutidas anteriormente revela un proceso de extracción inversa. Por lo tanto, estas referencias no son relevantes.

50 Sin desear estar limitado por la teoría, se cree que uno o más de los siguientes efectos pueden ocurrir en el proceso de extracción de acuerdo con la invención.

Puede ser que la presencia del cloruro de magnesio en la mezcla acuosa mejore la extracción del ácido láctico de la mezcla acuosa en el primer líquido orgánico. Esto contribuirá al efecto de concentración descrito anteriormente. En
55 segundo lugar, es posible que el cloruro de magnesio disuelto reduzca la solubilidad del disolvente orgánico en agua. En particular, a mayores concentraciones de cloruro de magnesio disuelto, puede disolverse menos disolvente (tal como por ejemplo MIBK) en la mezcla acuosa. Este efecto puede ser más fuerte a temperaturas más altas, en particular en el intervalo de temperatura de 20°C a 100°C. Por consiguiente, la extracción directa y/o inversa se realiza preferiblemente a una temperatura de al menos 25°C, preferiblemente al menos 30°C, más preferiblemente al menos 40°C. Se contempla que este efecto sea válido para cetonas y éteres en general. La menor solubilidad del
60 líquido orgánico en agua dará como resultado corrientes con mayor pureza y menores pérdidas de disolvente tanto en la extracción directa como en la inversa y, por lo tanto, puede conducir a un proceso más eficiente. Por el contrario, la solubilidad del agua en el alcohol y la solubilidad del alcohol en el agua aumentan al aumentar la temperatura en el intervalo de temperatura de 25°C y 100°C. En tercer lugar, la solubilidad del agua en el disolvente
65 orgánico durante la extracción también puede reducirse por la presencia del cloruro de magnesio disuelto.

En cuarto lugar, se encontró que el cloruro de magnesio disuelto puede suprimir la formación de emulsión, mejorando de este modo la separación de fases entre los líquidos acuosos y orgánicos. Esto es especialmente ventajoso cuando la mezcla acuosa comprende trazas de biomasa. La biomasa que se origina en un proceso de fermentación típicamente comprende compuestos que pueden actuar como surfactantes. En consecuencia, cuando una mezcla acuosa que comprende biomasa se pone en contacto con un disolvente orgánico, típicamente se formará una emulsión. Dicha formación de emulsión es indeseable, ya que puede interrumpir el proceso de extracción y la separación de fases.

A continuación, se describirán otras formas de realización preferidas de la presente invención.

La Figura 1 presenta una representación esquemática de una realización de la presente invención. En la Figura 1, (1) es la mezcla de partida acuosa, que, se proporciona a un reactor de extracción (2), donde se pone en contacto con un líquido orgánico (3). Una corriente (4), que comprende ácido carboxílico en el líquido orgánico, se extrae del reactor de extracción (2). El líquido residual acuoso (5) también se retira del reactor de extracción (2). La corriente (4) que comprende ácido carboxílico en el líquido orgánico se proporciona al reactor (6) para extracción inversa, donde se pone en contacto con líquido acuoso proporcionado a través de la tubería (7). La solución de ácido carboxílico acuoso del producto se retira a través de la línea (8). El líquido orgánico se retira a través de la línea (9) y se recicla al reactor de extracción (2) a través de la línea (3), opcionalmente después de etapas de purificación intermedias (no mostradas).

El término "extracción" como se usa en la presente memoria se refiere a la extracción líquido-líquido, también conocida como extracción con disolvente. La extracción con disolvente es un procedimiento de extracción basado en la diferencia de solubilidad de un compuesto en dos líquidos diferentes, es decir, en el presente caso, la solubilidad del ácido láctico en agua (presente en la mezcla acuosa y el líquido acuoso) en relación con la solubilidad del ácido láctico en el disolvente orgánico (presente en el líquido orgánico). La extracción directa es el proceso en el que el compuesto a extraer se extrae de la mezcla acuosa en el líquido orgánico. La extracción inversa es el proceso en el que el compuesto a extraer se extrae del líquido orgánico en un líquido acuoso.

El término "solubilidad", como se usa en el presente documento, se refiere a la cantidad de peso máximo de un compuesto que puede disolverse en una cierta cantidad de una mezcla acuosa a una temperatura determinada.

La extracción directa y la extracción inversa, tal como se usan en el procedimiento de la invención, se basan en la diferencia en solubilidad del ácido láctico en agua y el disolvente orgánico a diferentes temperaturas. La solubilidad de un compuesto en un disolvente en relación con otro disolvente puede expresarse en términos de la relación de distribución (*DR*). Esta relación da una indicación de cómo se distribuirá un compuesto sobre la fase acuosa (por ejemplo, la mezcla acuosa) y la fase orgánica (por ejemplo, el líquido orgánico) en un sistema de dos fases en equilibrio. La relación de distribución puede definirse como la proporción de la concentración de ácido láctico disuelta en la fase orgánica ($[\text{ácido láctico}]_{\text{orgánica}}$) sobre la concentración del ácido láctico disuelto en agua ($[\text{ácido láctico}]_{\text{acuosa}}$), siempre que las dos fases estén en equilibrio entre sí:

$$DR = [\text{ácido láctico}]_{\text{orgánica}} / [\text{ácido láctico}]_{\text{acuosa}} \quad (1)$$

A partir de la fórmula (1) se puede concluir que cuanto mayor sea la relación de distribución, más ácido láctico se disolverá en la fase orgánica.

La relación de distribución depende de muchas variables, incluida la temperatura y la composición específica de la fase orgánica y acuosa. Por ejemplo, la concentración del cloruro de magnesio disuelto en la mezcla acuosa y el tipo de disolvente utilizado influirán en la relación de distribución. Durante la extracción directa, el ácido láctico preferiblemente se disolvería mejor en el disolvente orgánico que en agua. En consecuencia, la relación de distribución en la extracción directa debe ser lo más alta posible. En particular, es deseable una alta relación de distribución durante la extracción directa ya que cualquier ácido láctico aún presente en el líquido residual conducirá directamente a una disminución del rendimiento total de ácido láctico cuando este líquido residual no se pueda volver a procesar y/o reciclar al proceso otra vez, o usarse para otros propósitos y deba desecharse. En caso de que la relación de distribución durante la extracción directa sea alta, se perderá relativamente poco ácido láctico ya que la mayor parte del ácido láctico se habrá disuelto en el líquido orgánico.

Se prefiere que la *DR* en la extracción directa, también indicada como D_{FE} , sea al menos 0,1, más en particular al menos 0,4, aún más en particular al menos 0,8.

Durante la extracción inversa, lo opuesto es verdadero. El ácido láctico preferiblemente se disolvería mejor en la fase acuosa que en el líquido orgánico. Se prefiere que la *DR* en la extracción inversa, también indicada como D_{BE} , sea a lo sumo de 0,5, más en particular a lo sumo de 0,3, aún más en particular a lo sumo de 0,1.

Si la relación de distribución para la extracción directa es mayor que la relación de distribución para la extracción inversa, esto contribuirá a un efecto de concentración, donde la solución acuosa de ácido láctico obtenida después

de la extracción inversa tiene una concentración de ácido láctico mayor que la mezcla acuosa utilizada como material de partida en la extracción directa.

5 Se prefiere que la relación entre D_{FE} y D_{BE} sea al menos de 1,1, más preferiblemente de al menos 2. La relación entre D_{FE} y D_{BE} generalmente no será mayor de 10. Puede preferirse un intervalo de 2 a 5.

El procedimiento de la invención comprende la etapa de proporcionar una mezcla acuosa que comprende ácido láctico y cloruro de magnesio disueltos. La mezcla acuosa es la mezcla que se va a extraer con el líquido orgánico.

10 La mezcla acuosa es preferiblemente una solución acuosa, ya que la extracción puede realizarse más fácilmente cuando no está presente materia sólida. Tal solución se puede denominar como una solución de alimentación acuosa. Sin embargo, la presencia de materia sólida en la mezcla acuosa es posible en cierta medida, dependiendo del equipo utilizado, como será evidente para el experto. Por lo tanto, la mezcla acuosa también puede ser una suspensión. Los ejemplos de materia sólida que pueden estar presentes en dicha suspensión son ácido láctico en
15 forma sólida, cloruro de magnesio no disuelto e impurezas insolubles.

El contenido de ácido láctico en la mezcla acuosa es preferiblemente tan alto como sea posible. Por ejemplo, la mezcla acuosa puede comprender al menos 5% en peso, preferiblemente al menos 10% en peso, más preferiblemente al menos 15% en peso de ácido láctico, con base en el peso total de la mezcla acuosa. Se pueden
20 preferir particularmente valores de al menos 20% en peso, más en particular al menos 25% en peso. El agua presente en la mezcla acuosa puede estar saturada con ácido láctico.

En una realización, la mezcla acuosa tiene un pH de 2 o inferior, típicamente un pH inferior a 1, por ejemplo, un pH de 0-1. Se prefiere que el pH sea relativamente bajo para garantizar que el ácido láctico esté presente en la mezcla
25 en forma ácida, permitiendo la extracción.

La mezcla acuosa puede comprender además impurezas, en particular impurezas que se originan de un proceso de fermentación. Dichas impurezas pueden ser solubles o insolubles en la mezcla acuosa. Ejemplos de impurezas
30 disueltas son azúcares, proteínas y sales. La biomasa insoluble (por ejemplo, microorganismos) y las sales insolubles son ejemplos de impurezas insolubles. Estas impurezas pueden estar típicamente presentes en un caldo de fermentación. Más detalles sobre cómo obtener la mezcla acuosa se proporcionan a continuación.

La mezcla acuosa comprende al menos 5 % en peso de cloruro de magnesio disuelto. La presencia de cloruro de magnesio disuelto en la mezcla acuosa tiene un efecto ventajoso en la extracción, como se describió anteriormente.
35 El cloruro de magnesio disuelto como se usa en el presente documento se refiere a cloruro de magnesio en su estado disuelto, es decir, en forma de iones solvatados, en agua.

La mezcla acuosa comprende al menos 5 % en peso de cloruro de magnesio disuelto. Para aumentar el efecto de la invención, la concentración de sal preferiblemente es relativamente alta. Se puede preferir que la concentración de
40 sal sea al menos 10 % en peso, más preferiblemente al menos 15 % en peso, incluso más preferiblemente al menos 20 % en peso, incluso más preferiblemente al menos 25 % en peso de cloruro de magnesio disuelto. Dependiendo de la solubilidad de la sal, puede ser posible usar al menos 30 % en peso, incluso más preferiblemente al menos 35 % en peso de cloruro de magnesio disuelto, con base en el peso total de la mezcla acuosa (es decir, el peso total de la mezcla acuosa excluyendo cualquier materia sólida). El valor máximo generalmente está determinado por la
45 solubilidad del cloruro de magnesio, que es aproximadamente del 45 % en peso.

Preferiblemente, la mezcla acuosa se concentra hasta una concentración de cloruro de magnesio disuelto lo más alta posible, es decir, próxima a la solubilidad del cloruro de magnesio, es decir, cerca de la cantidad máxima en peso del cloruro de magnesio que puede disolverse en la mezcla acuosa, medida a la temperatura a la que se
50 realiza la extracción directa. Aunque el cloruro de magnesio no disuelto puede estar presente en la mezcla acuosa, esto no es deseable. Por lo tanto, la concentración de sal en la mezcla acuosa preferiblemente no es mayor que la solubilidad del cloruro de magnesio en la mezcla acuosa, para evitar la precipitación. De acuerdo con esto, la mezcla acuosa preferiblemente tiene una concentración de cloruro de magnesio disuelto dentro del 10 % en peso, preferiblemente dentro del 5 % en peso de la solubilidad del cloruro de magnesio en la mezcla acuosa.

El cloruro de magnesio disuelto puede originarse a partir de una reacción de acidulación en la que las sales de lactato se hacen reaccionar con un ácido clorhídrico. El cloruro de magnesio disuelto también puede provenir de la
55 adición de cloruro de magnesio a una mezcla acuosa para aumentar su concentración de cloruro de magnesio disuelto. Las combinaciones son, por supuesto, también posibles.

La mezcla acuosa se prepara preferiblemente acidificando lactato de magnesio con un ácido clorhídrico, formando así una mezcla acuosa que comprende ácido láctico y un cloruro de magnesio. La etapa de acidulación se realiza típicamente poniendo la sal de lactato en contacto con una solución ácida. Sin embargo, en algunas realizaciones, también puede ser posible poner en contacto la sal de lactato con HCl gaseoso.
60

65

La sal de lactato puede estar en forma sólida y/o disuelta. En una realización, la sal de lactato se proporciona en forma sólida. En este caso, la etapa de acidulación se realiza poniendo la sal de lactato en contacto con una solución ácida. La ventaja de preparar la mezcla acuosa a partir de sal de lactato en forma sólida es que puede obtenerse una concentración de ácido láctico muy alta, tal como una concentración de al menos 15 % en peso, en particular al menos 25 % en peso, hasta, por ejemplo, 50 % en peso, o 40 % en peso.

La sal de lactato también puede estar en forma disuelta, típicamente como parte de una solución acuosa. En este caso, la etapa de acidulación se puede llevar a cabo poniendo la sal de lactato en contacto con una solución ácida o un gas ácido.

La etapa de acidulación también puede realizarse en una mezcla de ácido láctico y sal de lactato. Dicha mezcla se puede obtener, por ejemplo, en una fermentación a pH bajo. La mezcla puede ser, por ejemplo, una suspensión acuosa.

El ácido usado en la etapa de acidulación es típicamente un ácido fuerte, tal como ácido clorhídrico o ácido sulfúrico. En vista de la presencia requerida de al menos 5 % en peso de cloruro de magnesio, se prefiere el uso de ácido clorhídrico. En tal caso, se obtiene una mezcla acuosa que comprende ácido láctico y una sal de cloruro. La acidulación con HCl puede realizarse, por ejemplo, poniendo la sal de lactato en contacto con una solución acuosa de HCl o poniendo en contacto una solución o suspensión de sal de lactato con HCl gaseoso.

Cuando la acidulación de la sal de lactato se realiza poniéndola en contacto con una solución ácida, preferiblemente tiene una concentración de ácido lo más alta posible. Tal alta concentración de ácido dará como resultado una mezcla acuosa con una alta concentración de ácido láctico, que es deseable. La solución ácida comprende por lo tanto al menos 5 % en peso, más preferiblemente al menos 10 % en peso e incluso más preferiblemente al menos 20 % en peso de ácido, con base en el peso total de la solución ácida. La acidulación generalmente se realiza usando un exceso de ácido. El exceso es preferiblemente pequeño, de modo que la mezcla acuosa obtenida no sea muy ácida, lo que puede no ser deseable en vista de un procesamiento posterior de dicha mezcla. Por ejemplo, el exceso de ácido utilizado puede ser tal que la mezcla acuosa resultante tenga un pH de 2 o inferior, preferiblemente un pH de 0-1.

En el caso de que se use un gas ácido (es decir, HCl gaseoso), se puede poner en contacto poniéndolo en contacto con una solución o suspensión de lactato. En particular, el HCl gaseoso puede ser burbujeado a través de la solución o suspensión. En caso de que se use HCl gaseoso, el HCl puede originarse a partir de una etapa de descomposición térmica, como se describió anteriormente.

Preferiblemente, la acidulación se realiza a una temperatura de 75°C o menos. A temperaturas más altas, resulta antieconómico adaptar el equipo a las duras condiciones de un ambiente ácido a altas temperaturas.

Después de la acidulación, el material sólido, si está presente, se puede eliminar de la mezcla acuosa, por ejemplo, por filtración. Como se describió anteriormente, la presencia de material sólido en la mezcla acuosa no es deseable durante la extracción.

La mezcla acuosa puede concentrarse después de la acidulación antes de la extracción hasta una concentración hasta la solubilidad del cloruro de magnesio, en particular hasta una concentración deseable de cloruro de magnesio disuelto. Los valores específicos para esta concentración se describen arriba.

En una realización, se usa lactato de magnesio que se origina en un proceso de fermentación. Por consiguiente, el procedimiento de la invención puede comprender además una etapa de fermentación para formar el ácido láctico, proceso de fermentación que comprende las etapas de fermentar una fuente de carbono, tal como un carbohidrato, por medio de un microorganismo en un caldo de fermentación para formar ácido láctico y neutralizar al menos parte del ácido láctico mediante la adición de una base, en particular una base de magnesio, obteniendo de este modo una sal de lactato de magnesio.

Los procesos de fermentación para la fabricación de ácidos carboxílicos son conocidos en la técnica y no requieren mayor explicación aquí. Está dentro del alcance de la persona experta seleccionar, usando su conocimiento general común, un proceso de fermentación adecuado, dependiendo del ácido que se desea producir, la fuente de carbono y el microorganismo disponible.

El producto del proceso de fermentación es un caldo de fermentación, que es un líquido acuoso que comprende carboxilato de magnesio, biomasa, y opcionalmente componentes adicionales, tales como impurezas como azúcares, proteínas y sales.

Si así se desea, el caldo de fermentación se puede someter a una etapa de eliminación de biomasa, por ejemplo, una etapa de filtración, antes del procesamiento posterior. Esto es generalmente preferido para mejorar la calidad del producto.

Otra etapa intermedia puede ser la separación del producto de reacción sólido, es decir, lactato de magnesio, del caldo de fermentación, antes, después o simultáneamente con la eliminación de la biomasa, y opcionalmente someter el lactato de magnesio a una etapa de lavado. Dependiendo de la concentración, el lactato de magnesio puede precipitar en el medio de fermentación. En una realización, el lactato de magnesio sólido se separa del medio de fermentación, por ejemplo, mediante filtración, y se somete a una etapa de acidificación como se describió anteriormente.

Otra etapa intermedia puede someter el caldo de fermentación a una etapa de concentración para aumentar la concentración de lactato de magnesio en la composición antes de la acidificación. Esta etapa puede llevarse a cabo antes, después o simultáneamente con la extracción de biomasa. Tal etapa puede ser atractiva para aumentar el contenido de lactato de magnesio sólido, que luego puede separarse del caldo de fermentación como se describió anteriormente, y procesarse como lactato de magnesio sólido en el proceso de acuerdo con la invención.

Otras etapas intermedias, por ejemplo, etapas de purificación, se pueden llevar a cabo según se desee, como será evidente para la persona experta.

En el procedimiento de acuerdo con la invención, la mezcla acuosa discutida anteriormente se somete a una etapa de extracción poniéndola en contacto con un líquido orgánico que comprende un disolvente orgánico seleccionado del grupo de las cetonas C5+, dietiléter y metil-terc-butiléter, obteniendo de ese modo una solución orgánica de ácido láctico y un líquido de desecho acuoso que comprende cloruro de magnesio. En esta extracción directa, el ácido láctico se separa de las impurezas presentes en la mezcla acuosa disolviéndolo en el primer líquido orgánico. Las impurezas permanecerán en la mezcla acuosa.

El líquido orgánico comprende al menos 90 % en peso del disolvente orgánico, preferiblemente al menos 95 % en peso, más preferiblemente al menos 99 % en peso. En una realización, el líquido orgánico es el disolvente orgánico. Típicamente, pequeñas cantidades de agua pueden estar presentes en el primer líquido orgánico, en particular cuando el líquido (parcialmente) comprende disolvente orgánico reciclado de una etapa de reciclado después de la extracción.

El disolvente orgánico se selecciona del grupo de cetonas C5+, dietiléter y metil-terc-butiléter. C5+ significa cetonas con al menos 5 átomos de carbono. Se ha encontrado que los compuestos disolventes específicos muestran buenas propiedades en el proceso de acuerdo con la invención, donde muestran un buen efecto de concentración. La selección de un disolvente orgánico adecuado puede contribuir a establecer una alta relación de distribución durante la extracción directa. En ese caso, solo se perderá una cantidad relativamente pequeña de ácido láctico en el líquido residual acuoso.

Como se ilustra en el Ejemplo 10 de la presente solicitud, los disolventes de acuerdo con la invención muestran un efecto de concentración en la extracción de ácido láctico. Por el contrario, otros disolventes, que incluyen alcohol isoamílico, diisopropiléter y trietilamina (Alamina 336) mencionados como preferidos en el documento WO00/17378, no muestran un efecto de concentración. Lo mismo ocurre con la mezcla de 48 % de trietilamina, 20 % de n-butanol y 32 % de queroseno mencionada en el Ejemplo 8 del documento WO00/17378.

En la presente invención, se prefiere usar cetonas, en particular cetonas C5-C8. Las mezclas también pueden ser usadas. El uso de cetonas C9+ es menos preferido, debido a que se cree que estos compuestos muestran un menor efecto de concentración y pueden dar como resultado más contaminantes en el producto final. Se ha encontrado que el uso de metilisobutilcetona (MIBK) es particularmente atractivo para obtener un buen efecto de concentración. Además, se ha encontrado que el uso de cetonas es preferible porque son estables en las condiciones del proceso, ya que no reaccionan ni se descomponen en gran medida, lo que da lugar a pocos contaminantes y permite una operación de proceso estable.

Como éteres, pueden usarse dietiléter y metil-terc-butiléter. Se ha encontrado, sin embargo, que son menos preferidos, debido a que el uso de éteres resulta en una mayor pérdida de disolvente y en más contaminantes en el producto final.

El procedimiento de la invención no requiere el uso de agentes de extracción, tales como aminas. De hecho, el uso de agentes de extracción en el disolvente orgánico generalmente no es deseable. Un agente de extracción es un compuesto que forma un complejo con el compuesto que se extraerá (en este caso, ácido láctico). Sin embargo, la formación (durante la extracción directa) y el rompimiento del complejo requerirían una cantidad de energía relativamente grande, de modo que la diferencia de temperatura entre la extracción directa e inversa tendría que ser mayor de lo necesario. De acuerdo con esto, el líquido orgánico preferiblemente no contiene o sustancialmente no contiene ningún agente de extracción, en particular ningún o sustancialmente ningún agente de extracción de amina. De este modo, el ácido láctico en el procedimiento de la invención se extrae preferiblemente en su forma ácida neutra y no en forma de una sal o un complejo.

El líquido orgánico está preferiblemente esencialmente libre de aminas, éteres y alcoholes, lo que significa que estos compuestos, si están presentes, están presentes cada uno en una cantidad de menos del 2 % en peso,

preferiblemente menos del 1 % en peso, más preferiblemente menos del 0,5 % en peso, calculado sobre el peso del líquido orgánico.

La relación de líquido orgánico con respecto a la mezcla acuosa utilizada en la extracción directa se determina mediante las siguientes consideraciones. Por un lado, si la cantidad de líquido orgánico es relativamente alta, la eficacia de la extracción, expresada como el porcentaje de ácido en la mezcla acuosa que se extrae en el líquido orgánico, será alta. Por otro lado, se deberá usar una gran cantidad de líquido orgánico y se reducirá el efecto de concentración. Por el contrario, si la cantidad de líquido orgánico es relativamente baja, se mejorará el efecto de concentración, pero se reducirá la eficacia de la extracción.

La relación de distribución (DR) definida anteriormente puede proporcionar una guía a este respecto. En una realización, la cantidad de líquido orgánico utilizado en la extracción directa puede estar en el intervalo de 0,5/DR a 1,5/DR veces la cantidad de mezcla acuosa.

El uso de una cantidad de líquido orgánico en el intervalo de 0,5/DR a 0,8/DR veces la cantidad de mezcla acuosa para extracción directa puede ser deseable para un buen efecto de concentración. Sin embargo, el rendimiento de la etapa de extracción puede ser en este caso inferior al 99 %. El uso de una cantidad de líquido orgánico en el intervalo de 1,3/DR a 1,5/DR veces la cantidad de mezcla acuosa para extracción directa puede dar como resultado un rendimiento de extracción de más del 99 %, pero típicamente tiene un efecto de concentración menos pronunciado. El uso de una cantidad de líquido orgánico en el intervalo de 0,8/DR a 1,3/DR, y en particular en el intervalo de 1,0/DR a 1,2/DR, veces la cantidad de mezcla acuosa para extracción directa es lo más deseable, porque se puede obtener tanto un buen efecto de concentración como un rendimiento de extracción de más del 99 %. El rendimiento de extracción como se usa en el presente documento se refiere al porcentaje en peso del ácido láctico que se extrae en el líquido orgánico durante la extracción directa.

La extracción directa se lleva a cabo típicamente poniendo en contacto la mezcla acuosa con el primer líquido orgánico, obteniendo de ese modo una solución orgánica de ácido láctico y un líquido de desecho acuoso que comprende el cloruro de magnesio. Preferiblemente, la extracción es una extracción a contracorriente, es decir, la mezcla acuosa y el líquido orgánico se ponen en contacto entre sí usando corrientes a contracorriente. En tal configuración, puede obtenerse una extracción muy eficaz de ácido láctico en el líquido orgánico, en particular con respecto al rendimiento. La extracción se realiza preferiblemente en una columna de extracción. En caso de que el disolvente orgánico utilizado tenga una densidad menor que el agua (por ejemplo, en el caso de MIBK), el disolvente orgánico se alimenta preferiblemente al fondo de la columna, mientras que la mezcla acuosa se alimenta en la parte superior de la columna. En consecuencia, se formarán dos fases: una fase superior que comprende el disolvente orgánico y una fase inferior que comprende la mezcla acuosa. En la interfaz de las dos fases, se acumulará cualquier biomasa y/u otra materia sólida presente en la mezcla acuosa. Como se describió anteriormente, la biomasa no causa emulsificación debido a la presencia de la sal en la mezcla acuosa. Al alimentar el disolvente orgánico en el fondo de la columna, el disolvente orgánico se moverá hacia arriba a través de la mezcla acuosa, extrayendo así el ácido láctico y formando una solución orgánica de ácido láctico. En la parte inferior de la columna, puede obtenerse un líquido residual acuoso, típicamente en forma de una solución salina acuosa, la cual comprende el cloruro de magnesio.

La extracción directa puede realizarse a una temperatura de 20-100°C, preferiblemente a una temperatura de 30-80°C, por ejemplo, a una temperatura de 40-60°C. Para alcanzar la temperatura deseable para la extracción directa, la mezcla acuosa y/o el líquido orgánico pueden calentarse antes de la extracción directa. Como se describió anteriormente, las temperaturas más altas dentro del intervalo de 20-100°C son ventajosas con respecto a una disminución en la solubilidad del disolvente orgánico en agua. Además, la relación de distribución puede aumentar con el aumento de las temperaturas y/o puede conducir a un efecto de concentración más fuerte. En vista de las posibles condiciones corrosivas de la mezcla acuosa ácida, una temperatura superior a 60°C puede ser desfavorable. Sin embargo, la corrosión puede evitarse, por ejemplo, utilizando equipos de extracción revestidos de plástico o vidrio. El líquido residual acuoso formado en la extracción directa comprende el cloruro de magnesio. El líquido residual acuoso se obtiene típicamente en forma de una solución salina acuosa, solución que comprende el cloruro de magnesio. Esta solución es relativamente pura, ya que las impurezas insolubles suelen permanecer en la interfaz de la interfase acuosa/orgánica durante la extracción.

Para evitar la pérdida de ácido del sistema, se prefiere que la concentración de ácido láctico en el líquido residual sea lo más baja posible. En una realización, la concentración de ácido láctico en el líquido residual está por debajo del 1 % en peso, en particular por debajo del 0,5 % en peso, más en particular por debajo del 0,1 % en peso. Se ha encontrado que la extracción usando el procedimiento de acuerdo con la invención permite obtener estas pérdidas de ácido muy bajas.

Para evitar la pérdida de disolvente del sistema y para evitar problemas en el procesamiento posterior, en particular cuando se usa una etapa de descomposición térmica, se prefiere que la concentración de disolvente en el líquido residual sea lo más baja posible. En una realización, la concentración de disolvente en el líquido residual está por debajo del 1 % en peso, en particular por debajo del 0,5 % en peso, más en particular por debajo del 0,2 % en peso,

y preferiblemente por debajo del 0,1 % en peso. Se ha encontrado que la extracción usando el procedimiento de acuerdo con la invención permite obtener estas pérdidas muy bajas de disolvente.

Se prefiere que al menos el 80 % del ácido presente en el sistema esté en la fase orgánica después de la extracción directa, en particular al menos el 90 %, preferiblemente al menos el 95 %, más preferiblemente al menos el 98 %, aún más preferiblemente al menos el 99 %.

Se prefiere que al menos el 90 % del cloruro de magnesio presente en el sistema esté presente en el líquido residual acuoso después de la extracción directa, preferiblemente al menos el 95 %, más preferiblemente al menos el 98 %, en particular al menos el 99 %.

La solución orgánica de ácido láctico se somete posteriormente a una etapa de extracción inversa. Opcionalmente, la solución orgánica de ácido láctico obtenida en la extracción directa se somete a una etapa de lavado intermedia para eliminar cualquier impureza presente en la solución orgánica de ácido láctico. Dichas impurezas son típicamente arrastradas de la mezcla acuosa, por ejemplo, iones cloruro o metálicos. En tal etapa de lavado, la solución orgánica de ácido láctico se pone en contacto con un líquido de lavado. Tal etapa puede disminuir la cantidad de impurezas, tales como iones cloruro y/o metálicos en el producto final, es decir, la solución acuosa de ácido láctico. La eliminación de estos iones puede prevenir aún más los problemas de corrosión. El líquido de lavado es típicamente un líquido acuoso.

En una realización, parte de la solución acuosa de ácido láctico formada como producto en la extracción inversa se usa como líquido de lavado. En esta realización, se puede usar para el lavado una pequeña parte, por ejemplo 0,5-5 % en peso, en particular 0,5-2 % en peso, de la solución acuosa total de ácido láctico. El líquido de lavado puede reciclarse posteriormente a la mezcla acuosa, donde nuevamente se someterá a extracción directa. Se debe tener cuidado durante el lavado para no eliminar demasiado ácido del líquido orgánico, ya que esto afectará negativamente la concentración de ácido carboxílico en el producto final. Está dentro del alcance de la persona experta determinar las condiciones de lavado adecuadas.

La solución orgánica de ácido láctico formada en la extracción directa es, opcionalmente después de ser lavada, nuevamente extraída en un líquido acuoso, obteniendo de esta manera una solución acuosa de ácido láctico y un segundo líquido orgánico. Esta etapa se puede denominar aquí como la segunda extracción o extracción inversa. La extracción inversa da como resultado una solución acuosa de ácido láctico, que tiene una mayor pureza y, en particular, una menor concentración de sal que la mezcla acuosa inicial. Como se explicó anteriormente, la solución acuosa de ácido láctico del producto de la presente invención típicamente tiene una mayor concentración de ácido láctico que la mezcla acuosa.

La proporción de solución de líquido acuoso con respecto a ácido orgánico usada en la extracción inversa se determina mediante las siguientes consideraciones. Por un lado, si la cantidad de líquido acuoso es relativamente alta, la eficacia de la extracción, expresada como el porcentaje de ácido en la solución de ácido orgánico que se extrae en el líquido acuoso será alta. Por otro lado, se deberá usar una gran cantidad de líquido acuoso y se reducirá el efecto de concentración. Por el contrario, si la cantidad de líquido acuoso es relativamente baja, se mejorará el efecto de concentración, pero se reducirá la eficacia de extracción.

Se puede derivar un valor adecuado para la relación de solución de líquido acuoso con respecto a ácido orgánico usada en esa extracción inversa a partir de la relación de distribución (DR) definida anteriormente. En una realización, la cantidad de líquido acuoso usado en la extracción inversa es $0,5 \cdot DR$ a $1,5 \cdot DR$ veces la cantidad de la solución orgánica de ácido láctico. Estas relaciones pueden ser, en particular, importantes con respecto al efecto de concentración del presente procedimiento. El uso de una cantidad de líquido acuoso en el intervalo de $0,5 \cdot DR$ a $0,8 \cdot DR$ veces la cantidad de solución orgánica de ácido láctico para la extracción inversa puede ser deseable para un buen efecto de concentración. Sin embargo, el rendimiento de la etapa de extracción inversa puede en este caso ser inferior al 99 % de rendimiento. El uso de una cantidad de líquido acuoso en el intervalo de $1,3 \cdot DR$ a $1,5 \cdot DR$ veces la cantidad de solución orgánica de ácido láctico para la extracción inversa puede resultar en un rendimiento de extracción inversa de más del 99 %, pero típicamente tiene un efecto de concentración menos pronunciado. El uso de una cantidad de líquido acuoso en el intervalo de $0,8 \cdot DR$ a $1,3 \cdot DR$, y en particular en el intervalo de $1,0 \cdot DR$ a $1,2 \cdot DR$ veces la cantidad de solución orgánica de ácido láctico es lo más deseable, porque puede obtenerse tanto un buen efecto de concentración como un rendimiento de extracción inversa de más del 99 %. El rendimiento de la extracción inversa, como se usa en la presente memoria, se refiere al porcentaje en peso del ácido láctico que se extrae en el líquido acuoso durante la extracción inversa.

La extracción inversa se lleva a cabo típicamente poniendo en contacto la solución orgánica de ácido láctico con el líquido acuoso, obteniendo de este modo una solución acuosa de ácido láctico y un segundo líquido orgánico. La solución acuosa de ácido láctico es la solución del producto. Si así se desea, el segundo líquido orgánico, en su totalidad o en parte, se puede reciclar para extracción directa como primer líquido orgánico, opcionalmente después de haber sido sometido a una etapa de purificación. Preferiblemente, la extracción es una extracción a contracorriente. En tal configuración, se puede obtener una extracción muy eficiente de ácido láctico en el líquido acuoso, en particular con respecto al rendimiento.

La extracción se realiza preferiblemente en una columna de extracción. En caso de que el disolvente orgánico utilizado tenga una densidad menor que el agua, el líquido acuoso se alimenta preferiblemente en la parte superior de la columna, mientras que la solución orgánica de ácido láctico se alimenta en el fondo de la columna. En consecuencia, se formarán dos fases: una fase superior que comprende el disolvente orgánico y una fase inferior que comprende el líquido acuoso. Al alimentar el líquido acuoso en la parte superior de la columna, pasará hacia abajo a través de la solución orgánica de ácido láctico, extrayendo así el ácido láctico y formando una solución acuosa de ácido láctico. Luego se puede recuperar una solución acuosa de ácido láctico en el fondo de la columna.

Se observa que se contempló evaporar el disolvente orgánico de la solución orgánica de ácido láctico después de la extracción directa, obteniendo de este modo directamente el ácido láctico. Sin embargo, se obtuvieron mejores resultados cuando se usa una extracción inversa de acuerdo con la presente invención. La extracción inversa resultó en menos impurezas y un proceso más eficiente con respecto al consumo de energía.

La extracción inversa puede realizarse a una temperatura de 20-100°C, preferiblemente a una temperatura de 80°C o inferior, más preferiblemente a una temperatura de 60°C o inferior. La extracción inversa se realiza preferiblemente a una temperatura superior a 0°C, preferiblemente a una temperatura de al menos 10°C debido a los costos de energía asociados con el enfriamiento. Las temperaturas iguales o cercanas a la temperatura en la extracción directa son particularmente preferidas para la extracción inversa. Esto puede ahorrar energía, ya que se requiere menos calentamiento y/o enfriamiento entre las diferentes corrientes en el proceso de extracción. Por consiguiente, en una realización, la extracción inversa se lleva a cabo a una temperatura que está dentro de los 10°C, por ejemplo, dentro de los 5°C de la temperatura a la que se realiza la extracción directa. El uso de una temperatura similar en la extracción directa e inversa también se denomina en este documento condiciones isotérmicas. La extracción directa y la extracción inversa pueden realizarse a aproximadamente la misma temperatura, por ejemplo, utilizando una diferencia de temperatura entre la extracción directa e inversa de menos de 5°C.

En una realización, la extracción en el líquido orgánico (extracción directa) se realiza a una temperatura inferior a la extracción en el líquido acuoso (extracción inversa). Tal procedimiento de extracción también se conoce como una extracción de oscilación regular de la temperatura. La temperatura durante la extracción inversa es en este caso de 5-45°C, por ejemplo 10-20°C más alta que la temperatura en la extracción directa.

En otra realización, la extracción en el líquido orgánico (extracción directa) se realiza a una temperatura más alta que la extracción en el líquido acuoso (extracción inversa). Tal procedimiento de extracción puede estar indicado como una extracción de oscilación inversa de temperatura. En la extracción de oscilación inversa de temperatura, la etapa de extracción inversa puede realizarse en este caso a una temperatura de 10-50°C o 20-30°C por debajo de la temperatura a la que se realiza la extracción directa. Se ha encontrado que la extracción operativa en el modo de oscilación inversa de temperatura puede conducir a una mayor concentración de ácido en el producto.

En una realización en el proceso de acuerdo con la invención, la solución orgánica de ácido láctico se pone en contacto térmico con el segundo líquido orgánico usando un intercambiador de calor. Esto es ventajoso cuando la extracción directa e inversa se realizan a diferentes temperaturas.

La solución acuosa de ácido láctico obtenida después de la extracción inversa como se realiza de acuerdo con la presente invención tiene una concentración de ácido láctico más alta que la mezcla acuosa que se alimentó a la extracción directa. Esto también se ilustra en los ejemplos a continuación.

La alcance del efecto de concentración del procedimiento de la invención depende, entre otros, de la relación entre el líquido orgánico y la mezcla acuosa utilizada en la extracción directa, la relación del líquido acuoso y la solución orgánica de ácido láctico utilizada para la extracción inversa, la temperatura a la que se llevan a cabo las etapas de extracción, el tipo de líquido orgánico utilizado y la cantidad de cloruro de magnesio disuelto presente en la mezcla acuosa. Además, se prefiere seleccionar las condiciones del proceso de tal manera que se obtenga un alto rendimiento de extracción. A este respecto, se prefiere que la cantidad en peso de líquido orgánico utilizado en la extracción directa sea de 1,0/DR a 1,2/DR veces la cantidad en peso de la mezcla acuosa, mientras que la cantidad en peso de líquido acuoso utilizada en la extracción inversa es de 1,0*DR a 1,2*DR veces la cantidad en peso de la solución orgánica de ácido láctico. Es aún más preferido que la cantidad en peso de líquido orgánico utilizado en la extracción directa sea de 1,1/DR a 1,2/DR veces la cantidad en peso de la mezcla acuosa, mientras que la cantidad en peso de líquido acuoso utilizado en la extracción inversa sea de 1,1*DR a 1,2*DR veces la cantidad en peso de la solución orgánica de ácido láctico. Estas relaciones ponderales dan como resultado un buen efecto concentrador cuando se combinan adicionalmente con una temperatura de extracción directa de 50-60°C y una concentración disuelta de cloruro de magnesio de al menos 10 % en peso, basada en la cantidad total de agua y material disuelto presente en la mezcla acuosa. El líquido orgánico utilizado es en este caso preferiblemente una cetona, más preferiblemente MIBK. La extracción inversa en este caso se realiza preferiblemente a 20-60°C, más preferiblemente a 50-60°C. Se obtiene un efecto de concentración aún mejor cuando se usa una concentración de cloruro de magnesio de al menos 15 % en peso en lugar de al menos 10 % en peso, basado en la cantidad total de agua y material disuelto presente en la mezcla acuosa. Por lo tanto, la siguiente combinación de parámetros puede dar

como resultado un efecto particular de buena concentración y al mismo tiempo puede dar como resultado un buen rendimiento de extracción:

- una concentración de cloruro de magnesio de al menos 10 % en peso, basada en la cantidad total de agua y material disuelto presente en la mezcla acuosa;
- una temperatura de extracción directa de 30-60°C, en particular 50-60°C;
- una temperatura de extracción inversa de 20-60°C;
- una cantidad en peso de líquido orgánico utilizado en la extracción directa que es de 1,1/DR a 1,2/DR veces la cantidad en peso de la mezcla acuosa;
- una cantidad en peso de líquido acuoso utilizado en la extracción inversa que es de 1,1*DR a 1,2*DR veces la cantidad en peso de solución orgánica de ácido láctico;
- el líquido orgánico es una cetona C5+, preferiblemente una cetona C5-C8, más preferiblemente MIBK.

La combinación anterior funciona incluso mejor cuando se usa una concentración de cloruro de magnesio de al menos 15 % en peso, basada en la cantidad total de agua y material disuelto presente en la mezcla acuosa.

El rendimiento total del procedimiento de la invención depende tanto del rendimiento de extracción en la extracción directa como del rendimiento de extracción en la extracción inversa.

El rendimiento de la extracción directa puede aumentarse realizando la extracción directa con corrientes en contracorriente (véase también más arriba). Dicha extracción a contracorriente puede realizarse en uno o más recipientes (por ejemplo, un mezclador o un sedimentador). El rendimiento de la etapa de extracción se puede aumentar aumentando el tamaño y/o el número de recipientes. Cuando se usan más de un recipiente, los recipientes se conectan en serie entre sí. En este caso, el segundo o más recipientes extraen adicionalmente el líquido acuoso obtenido después de la extracción en el recipiente anterior. Preferiblemente, sin embargo, la extracción directa se realiza en un recipiente (por ejemplo, una columna de extracción) que es suficientemente grande para obtener el alto rendimiento deseado (típicamente superior al 99 %). Por ejemplo, se conocen en la técnica columnas de extracción grandes con una altura de 10-20 metros. El experto podrá ajustar el tamaño y/o el número de recipientes para obtener un rendimiento del 99 % o más.

El rendimiento de la extracción inversa puede aumentarse de la misma manera que la descrita anteriormente para la extracción directa. En caso de que se use más de un recipiente, el segundo o más recipientes extraen adicionalmente el líquido orgánico obtenido después de la extracción en el recipiente anterior.

El procedimiento de la invención puede comprender además la etapa de concentrar la solución acuosa de ácido láctico del producto por evaporación de agua. El agua evaporada en esta etapa puede reciclarse reutilizándola como el líquido acuoso en la extracción inversa. Es posible que la solución acuosa de ácido láctico del producto comprenda una cantidad menor de disolvente orgánico y residuo de la etapa de extracción, si está presente, por ejemplo, del orden de 0,1-3 % en peso basado en la cantidad total de la solución acuosa de ácido láctico. Cuando se lleva a cabo una etapa de evaporación, el disolvente orgánico también se evapora típicamente en la etapa de concentración, a menudo reforzado por un efecto de arrastre del agua.

Como se indicó anteriormente, el segundo líquido orgánico obtenido en la extracción inversa se puede reciclar reutilizándolo como el primer líquido orgánico en la extracción directa.

En una realización, el procedimiento de la invención comprende la etapa de someter el líquido residual acuoso que comprende cloruro de magnesio obtenido en la extracción directa a una etapa de descomposición térmica a temperaturas de al menos 300 °C, formando así un óxido de magnesio y HCl. En esta etapa, la sal de cloruro se hidroliza térmicamente con la formación de óxido de magnesio y HCl, compuestos que pueden reciclarse en otras etapas en un proceso para la preparación de ácido láctico. Por ejemplo, el óxido de magnesio puede usarse en un proceso de fermentación, por ejemplo, como un agente neutralizante o como un precursor del mismo. El óxido de magnesio puede ponerse en contacto con agua para obtener una suspensión de hidróxido de magnesio. Además, el HCl se puede usar para acidificar el lactato de magnesio obtenido en un proceso de fermentación. El HCl se disuelve típicamente en agua durante o después de la descomposición térmica, obteniendo de ese modo una solución de HCl. Por lo tanto, la etapa de descomposición térmica proporciona un proceso en el que el material de desecho se recicla y, por consiguiente, se produce relativamente poco desperdicio.

El procedimiento de la invención es preferiblemente un proceso continuo. Sin embargo, también puede realizarse como un proceso por lotes.

La invención se ilustrará adicionalmente mediante los siguientes ejemplos, sin limitarse a ellos.

Ejemplo 1: Extracción de ácido láctico en ausencia de sal disuelta - comparativo

5 Se preparó una solución de alimentación de ácido láctico añadiendo 304 g de ácido láctico cristalino a 745 g de agua y mezclando para completar la disolución. La solución de alimentación así preparada comprendía el 29 % en peso de ácido láctico.

10 En la extracción directa, se añadió una cantidad de 101 g de MIBK a 1.000 g de la solución de alimentación de ácido láctico (relación en peso de 1:10). El sistema resultante de dos fases se agitó a 20 °C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detuvo la agitación, se dejaron separar las fases y la capa de MIBK cargada con ácido láctico se separó de la solución acuosa de ácido láctico empobrecida.

15 En la extracción inversa, se añadieron 5,2 g de agua a 53 g de esta capa de MIBK cargada con ácido láctico (relación en peso de 1:10). El sistema resultante de dos fases se agitó a 20 °C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detuvo la agitación, se dejó que las fases se separaran y se tomó una muestra de la fase inferior acuosa. La concentración de ácido láctico en esta muestra fue del 19,4 % en peso (determinada mediante valoración potenciométrica).

20 Este ejemplo muestra que la extracción realizada en ausencia de cloruro de magnesio disuelto como se usa en el procedimiento de acuerdo con la presente invención reduce la concentración de ácido láctico de 29 % en peso en la solución de alimentación a 19,4 % en peso en la solución acuosa del producto.

25 **Ejemplo 2:** Extracción de ácido láctico en presencia de sal disuelta

Se preparó una solución de alimentación de ácido láctico (mezcla acuosa) mediante adición de cloruro de magnesio hexahidratado (790 g) a una solución de 700 g de ácido láctico cristalino en 924 g de agua y se mezcló hasta completar la disolución. La solución de alimentación así preparada comprendía el 29 % en peso de ácido láctico y el 15,3 % en peso de cloruro de magnesio.

30 En la extracción directa, se añadió una cantidad de 100 g de MIBK a 1.000 g de la solución de alimentación de ácido láctico (relación en peso de 1:10). El sistema resultante de dos fases se agitó a 20 °C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detuvo la agitación, se dejaron separar las fases y la capa de MIBK cargada con ácido láctico se separó de la solución acuosa de ácido láctico empobrecida. En la extracción inversa, se añadieron 4,7 g de agua a 46,9 g de esta capa de MIBK cargada con ácido láctico (relación en peso de 1:10). El sistema resultante de dos fases se agitó a 20 °C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas.

40 Después de eso, se detiene la agitación, se deja que las fases se separen y se toma una muestra de la fase inferior acuosa. La concentración de ácido láctico en esta muestra fue del 34,8 % en peso (determinada mediante valoración potenciométrica).

45 Este ejemplo muestra que la presencia de sal de cloruro de magnesio disuelta en la extracción directa aumenta la concentración de ácido láctico de 29 % en peso en la solución de alimentación a 34,8 % en peso en la solución acuosa después de la extracción inversa.

50 En caso de que la solución se someta a una etapa de evaporación después de la extracción, la concentración incrementada de ácido láctico en la solución acuosa de la extracción inversa reduciría así la cantidad de agua que debe evaporarse del producto de ácido láctico en comparación con el solución acuosa obtenida después de la extracción inversa de la solución de alimentación sin cloruro de magnesio disuelto en el ejemplo 1 en un factor de 2.

Ejemplo 3: Extracción de ácido láctico con oscilación regular de la temperatura

55 En la extracción directa se añadió una cantidad de 100 g de MIBK a 1.000 g de la solución de alimentación de ácido láctico (relación en peso de 1:10) como se preparó en el ejemplo 2 anterior. El sistema resultante de dos fases se agitó a 20 °C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detuvo la agitación se dejaron separar , las fases y la capa de MIBK cargada con ácido láctico se separó de la solución acuosa de ácido láctico empobrecida. En la extracción inversa, se añadieron 6,9 g de agua a 67,2 g de esta capa de MIBK cargada con ácido láctico (relación en peso de 1:10). El sistema resultante de dos fases se agitó a 60°C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersas. Después de eso, se detiene la agitación, se deja que las fases se separen y se toma una muestra de la fase acuosa inferior. La concentración de ácido láctico en esta muestra fue del 36,2 % en peso (determinada mediante valoración potenciométrica).

65

Este ejemplo muestra que aplicando una combinación de cloruro de magnesio disuelto y una temperatura más alta en la extracción inversa se obtiene una concentración mayor de ácido láctico del 36,2 % en peso en la solución acuosa después de la extracción inversa en comparación con las condiciones isotérmicas aplicadas en el ejemplo 2.

- 5 Se puede concluir que la aplicación de una mayor temperatura en la extracción inversa es un medio eficiente para concentrar adicionalmente el ácido láctico durante la extracción.

Ejemplo 4: Extracción de ácido láctico con oscilación inversa de la temperatura

- 10 En la extracción directa se añadió una cantidad de 100 g de MIBK a 997 g de la solución de alimentación de ácido láctico (relación en peso de 1:10) como se preparó en el ejemplo 2. El sistema resultante de dos fases se agitó a 60°C durante 30 minutos con velocidad suficiente para garantizar que ambas fases estuvieran bien dispersas. A continuación, se detuvo la agitación, se dejaron separar las fases y la capa de MIBK cargada con ácido láctico se separó de la solución acuosa de ácido láctico empobrecida. En la extracción inversa, se añadieron 5,8 g de agua a 15 58 g de esta capa de MIBK cargada con ácido láctico (relación en peso de 1:10).

- El sistema resultante de dos fases se agitó a 20 °C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detuvo la agitación, se dejó que las fases se separaran y se tomó una muestra de la fase inferior acuosa. La concentración de ácido láctico en esta muestra fue del 37,1 % en peso (determinada mediante valoración potenciométrica).

- Este ejemplo muestra que aplicando una combinación de cloruro de magnesio disuelto y una temperatura más alta en la extracción directa se obtiene una mayor concentración de ácido láctico del 37,1 % en peso en la solución acuosa después de la extracción inversa en comparación con las condiciones isotérmicas aplicadas en el ejemplo 2.

- 25 Se puede concluir que la aplicación de una mayor temperatura en la extracción directa es un medio eficiente para la concentración adicional del ácido láctico durante la extracción.

Ejemplo 5: Extracción de ácido láctico a mayor temperatura

- 30 En la extracción directa se añadió una cantidad de 100 g de MIBK a 996 g de la solución de alimentación de ácido láctico (relación en peso de 1:10) como se preparó en el ejemplo 2. El sistema resultante de dos fases se agitó a 60°C durante 30 minutos con velocidad suficiente para garantizar que ambas fases estuvieran bien dispersas.

- 35 A continuación, se detuvo la agitación, se dejaron separar las fases y la capa de MIBK cargada con ácido láctico se separó de la solución acuosa de ácido láctico empobrecida. En la extracción inversa, se añadieron 6,2 g de agua a 63 g de esta capa de MIBK cargada con ácido láctico (relación en peso de 1:10).

- 40 El sistema resultante de dos fases se agitó a 60°C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detuvo la agitación, se dejó que las fases se separaran y se tomó una muestra de la fase inferior acuosa. La concentración de ácido láctico en esta muestra fue del 36,0 % en peso (determinada mediante valoración potenciométrica).

- 45 Este ejemplo muestra que la aplicación de una combinación de cloruro de magnesio disuelto y una temperatura más alta en la extracción directa e inversa produce una mayor concentración de ácido láctico del 36,0 % en peso en la solución acuosa después de la extracción inversa en comparación con las condiciones isotérmicas aplicadas en ejemplo 2. Se puede concluir que la operación isotérmica a una mayor temperatura durante la extracción directa es un medio eficiente de concentración adicional del ácido láctico durante la extracción.

50 **Ejemplo 6:** Comparación de MIBK y alcohol isoamílico

- Este experimento se realizó para comparar la estabilidad de dos disolventes, MIBK y alcohol isoamílico en contacto con la solución de alimentación de ácido láctico preparada en el ejemplo 1. Para cada disolvente, se llenó un reactor de vidrio cerrado con 20 g de disolvente y 20 g de solución de alimentación de ácido láctico, se colocó en un horno para mantener una temperatura de 60°C y se agitó continuamente.

- Después de 3 horas, 24 horas (1 día) y 168 horas (1 semana) la agitación se detuvo durante 1 hora para permitir que las fases sedimentaran, se tomó una muestra de la capa superior del disolvente y se analizó la composición de la capa superior de disolvente por cromatografía de gases. Los resultados muestran que incluso después de 168 horas no se pudieron detectar cambios en la pureza del MIBK, mientras que en el caso del alcohol isoamílico se formaron 14,6 % del área del lactato de isoamilo después de 3 horas. En las muestras de 24 horas y 168 horas, se encontró que la concentración de lactato de isoamilo aumentó aún más a 22,5 % del área.

- Este ejemplo muestra que los ésteres con el ácido láctico se forman cuando se usan alcoholes tales como alcohol isoamílico como disolvente orgánico de extracción, mientras que las cetonas tales como MIBK son disolventes orgánicos estables. Se puede concluir que los disolventes orgánicos inestables tales como los alcoholes no son

adecuados como disolventes de extracción y que los disolventes orgánicos estables tales como las cetonas son disolventes de extracción adecuados.

Ejemplo 7: Efecto de la concentración de sal disuelta y la temperatura en la relación de distribución

Se añadieron 100 g de disolvente orgánico MIBK a 100 g de una solución acuosa con el MgCl_2 deseado y una concentración de ácido láctico inicial de 20 % en peso. El sistema resultante de dos fases se agitó a 20°C o 60°C durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detiene la agitación, se permite que las fases se separen y se toman muestras de ambas fases. La concentración de ácido láctico (% en peso) en estas muestras se determinó mediante valoración potenciométrica. A continuación, se calculó la relación de distribución como la relación de la concentración de ácido láctico (% en peso) en la fase de disolvente orgánico MIBK dividida por la concentración de ácido láctico (% en peso) en la fase acuosa. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

MgCl ₂ (% en peso)	Relación de distribución de ácido láctico (% en peso/ % en peso)	
	20 °C	60 °C
0	0,16	0,19
10,5	0,33	0,37
16,0	0,49	0,56

Este ejemplo muestra que, al aumentar la concentración de sal, la relación de distribución de ácido láctico aumenta significativamente.

Además, el ejemplo también muestra que la relación de distribución se puede aumentar elevando la temperatura. Se puede concluir que la presencia de sal y/o un aumento de la temperatura aumenta significativamente la eficacia de extracción de los ácidos carboxílicos de la corriente de alimentación acuosa en el disolvente orgánico.

Ejemplo 8: Efectos de la concentración de sal disuelta y la temperatura en solubilidad en disolvente

Se añadieron 50 g de disolvente orgánico MIBK a 100 g de una solución acuosa con una concentración especificada de MgCl_2 y el sistema resultante de dos fases se agitó a una temperatura especificada durante 30 minutos con velocidad suficiente para asegurar que ambas fases estuvieran bien dispersadas. A continuación, se detiene la agitación, se deja que las fases se separen y se toma una muestra de la fase acuosa inferior. La concentración de MIBK en esta muestra se determinó mediante cromatografía de gases. El experimento se realizó para tres concentraciones diferentes de MgCl_2 (0, 15 y 30 % en peso) a dos temperaturas diferentes (20°C y 60°C). Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

MgCl ₂ (% en peso)	Solubilidad en MIBK (% en peso)	
	20 °C	60 °C
0	1,8	1,4
15	0,48	0,20
30	0,17	0,11

Este ejemplo muestra que la adición de sal reduce significativamente la solubilidad del disolvente orgánico MIBK en la fase acuosa. Se puede concluir que la presencia de sal reduce significativamente la pérdida de disolvente orgánico en la fase acuosa después de la extracción del ácido carboxílico.

Ejemplo 9: Extracción piloto de ácido láctico

Los experimentos de extracción piloto se llevaron a cabo en una configuración de piloto de disco pulsado y columna en forma de rosquilla (PDDC) que contenía una sección de columna activa de cuatro segmentos de vidrio termoeestables cada uno con una longitud de 1,04 m y diámetro interno de 40 mm. Esta sección activa estaba encerrada en ambos lados por sedimentadores de 42 cm de longitud, ambos con un diámetro interno de 80 mm. Las partes internas de la columna consistían en deflectores de disco y tipo rosquilla colocados alternativamente con un espaciado de 8,4 mm hechos de PVDF para asegurar la humectación por la fase de disolvente orgánico. El sedimentador inferior está conectado a un pulsador de tipo pistón para impulsar el líquido en la columna a una

frecuencia y amplitud deseadas. Las soluciones acuosas se introdujeron en la parte superior y el disolvente orgánico MIBK en el fondo de la columna. La columna se hizo funcionar con el disolvente orgánico MIBK como la fase continua y las soluciones acuosas como la fase dispersa. El nivel de interfase en el sedimentador de fondo se observó visualmente y se controló a través de una válvula operada manualmente en la corriente acuosa que salía del fondo de la columna. Se permitió que el disolvente orgánico MIBK abandonara el sedimentador superior de la columna a través de un rebosadero.

En la extracción directa, la solución de alimentación de ácido láctico (7 kg/h), preparada de manera similar a la del Ejemplo 2, se puso en contacto en contracorriente en la configuración piloto PDDC con MIBK (9,3 kg/h) a una temperatura de 60°C. El pulsador fue operado con una frecuencia de 90 min⁻¹ y una amplitud de 11 mm.

El disolvente orgánico MIBK cargado con ácido láctico se recogió durante varias horas para recoger una cantidad suficiente para la extracción inversa. En la extracción inversa, el disolvente orgánico MIBK cargado con ácido láctico (10,4 kg/h) se puso en contacto en contracorriente con agua (2,5 kg/h) en la configuración de PDDC a una temperatura de 20 °C. El pulsador fue operado con una frecuencia de 67,5 min⁻¹ y una amplitud de 11 mm. Se tomaron muestras de la fase inferior acuosa. La concentración de ácido láctico en esta muestra fue del 34,5 % en peso (determinada mediante valoración potenciométrica).

Este ejemplo muestra que la aplicación de un cloruro de magnesio disuelto combinado con una temperatura más alta en la extracción directa aumenta la concentración de ácido láctico de 29 % en peso en la solución de alimentación a 34,5 % en peso en la solución acuosa después de la extracción. Se puede concluir que la aplicación de un cloruro de magnesio disuelto eventualmente combinado con un aumento de temperatura en la extracción directa en una columna de extracción es un medio eficiente para concentrar el ácido láctico durante la extracción.

Ejemplo 10: Comparación de diferentes disolventes en la extracción de ácido láctico.

Se prepararon soluciones de alimentación que comprendían 29 % en peso de ácido láctico y 15 % en peso de cloruro de magnesio. Las soluciones se agitaron durante la noche. La extracción se llevó a cabo de la siguiente manera:

Se mezclaron 1.000 g de una solución de alimentación con aproximadamente 100 g de disolvente y se agitó a 20 °C durante un mínimo de 15 minutos. La mezcla se transfirió a un embudo de separación donde las fases se separaron. Se tomaron muestras de ambas fases para su análisis. Luego se mezclaron aproximadamente 100 g de fase orgánica con 10 g de agua pura y se agitó durante un mínimo de 15 minutos a 20°C. Posteriormente, toda la mezcla se transfirió de nuevo al embudo de separación, se dejaron separar las fases y se tomaron muestras de ambas fases. Las muestras se analizaron con respecto al contenido de ácido. Los resultados se presentan en la Tabla 3, donde inv representa el Ejemplo de acuerdo con la invención y comp representa un ejemplo comparativo.

Tabla 3

	Disolvente	[ácido láctico] alimentado (% en peso)	[ácido láctico] producto (% en peso)
1 inv	2-pentanona	29	30
2 inv	metil isobutil cetona	29	35
3 inv	ciclohexanona	29	32
4 inv	2-hexanona	29	35
5 inv	acetofenona	29	34
6 inv	2-heptanona	29	34
7 inv	2-octanona	29	30
8 inv	dietiléter	29	38
9 inv	metil-terc-butil-éter	29	37
10 comp	etil propil éter	29	25
11 comp	diisopropil éter	29	21
12 comp	metil etil cetona	29	—*
13 comp	trioctilamina (TOA)	29	13
14 comp	n,n-dietil-m-toluamida	29	27
15 comp	tolueno	29	1
16 comp	alcohol isoamílico	29	23
17 comp	TOA-BuOH-queroseno **	29	11

* no hubo separación de fases en la extracción directa. No se obtuvieron resultados

** 48 % en peso de trioctilamina, 20 % en peso de n-butanol y 32 % en peso de queroseno

Los datos en la Tabla 3 muestran que para cetonas C5+ se produjo concentración, obteniéndose los mejores resultados para la metil isobutil cetona.

- 5 De los éteres, solo dietiléter y metil-terc-butil-éter mostraron un efecto de concentración. Sin embargo, se debe tener en cuenta que, si bien estos compuestos de hecho mostraron buenas propiedades de extracción, tiene desventajas asociadas, que residen en más pérdida de disolvente y más contaminantes en el producto.

Ejemplo 11: Comparación de diferentes sales en extracciones de ácido láctico

- 10 Se prepararon soluciones de alimentación que comprendían 29 % en peso de ácido láctico y una cantidad especificada de una sal específica. Las soluciones se agitaron durante la noche. Los experimentos de extracción se llevaron a cabo de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo 10, usando metilisobutilcetona como disolvente. Los resultados se presentan en la Tabla 4, donde inv representa el Ejemplo de acuerdo con la invención y comp representa un ejemplo comparativo.

15

Tabla 4:

	sal (concentración)	[ácido láctico] alimentado (% en peso)	[ácido láctico] producto (% en peso)
1 inv	MgCl ₂ (15 % en peso)	29	35
2 comp	CaCl ₂ (18 % en peso)	29	18
3 comp	NaCl (19 % en peso)	29	23
4 comp	KCl (24 % en peso)	29	21
5 comp	NaNO ₃ (27 % en peso)	29	24
6 comp	Na ₂ SO ₄ (23 % en peso)	29	23
7 comp	Na ₃ PO ₄ (18 % en peso)	29	6,4
8 comp	(NH ₄) ₂ SO ₄ (23 % en peso)	29	26

- 20 Como se puede observar a partir de la Tabla 4, solo MgCl₂ produce un efecto de concentración. Todas las otras sales producen un efecto de dilución. Esto es particularmente notable porque para todas las sales la concentración es más alta que la utilizada para MgCl₂, y se cree que una concentración mayor promueve un efecto de concentración.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para recuperar ácido láctico de una mezcla acuosa que comprende las etapas de:

a) proporcionar una mezcla acuosa que comprende ácido láctico y al menos 5 % en peso de cloruro de magnesio disuelto, con base en el peso total de agua y material disuelto en la mezcla acuosa;

b) extraer el ácido láctico de la mezcla acuosa en un primer líquido orgánico que comprende al menos 90 % en peso de un disolvente orgánico seleccionado del grupo que consiste en cetonas C5+, dietiléter y metil-terc-butil-éter, obteniendo así una solución orgánica de ácido láctico y un líquido de desecho acuoso que comprende cloruro de magnesio; y,

c) extraer el ácido láctico de la solución orgánica de ácido láctico en un líquido acuoso, obteniendo de ese modo una solución acuosa de ácido láctico y un segundo líquido orgánico.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la mezcla acuosa comprende al menos 15 % en peso de cloruro de magnesio disuelto, con base en el peso total de agua y material disuelto en la mezcla acuosa.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la mezcla acuosa comprende al menos 20 % en peso de cloruro de magnesio disuelto, con base en el peso total de agua y material disuelto en la mezcla acuosa.

4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el disolvente orgánico es una cetona C5-C8.

5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el disolvente orgánico es metil isobutil cetona.

6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la primera etapa de extracción se realiza a una temperatura de al menos 30°C.

7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que la primera etapa de extracción se realiza a una temperatura de al menos 40 °C.

8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la segunda etapa de extracción se realiza a una temperatura inferior a la temperatura a la que se realiza la primera extracción.

9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la segunda etapa de extracción se realiza a una temperatura de 10-50 °C por debajo de la temperatura a la que se realiza la primera extracción.

10. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la segunda etapa de extracción se realiza dentro de 10°C de la temperatura a la que se realiza la primera extracción (directa).

11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la segunda etapa de extracción se lleva a cabo dentro de 5°C de la temperatura a la que se realiza la primera extracción (directa).

12. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el líquido orgánico no comprende extractantes.

13. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el líquido orgánico no comprende extractantes de amina.

14. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el líquido orgánico está esencialmente libre de aminas, éteres y alcoholes, lo que significa que estos compuestos, si están presentes, están presentes cada uno en una cantidad inferior a 2 % en peso, calculado sobre el peso del líquido orgánico.

15. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que la mezcla acuosa tiene un pH de 2 o inferior.

16. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que la mezcla acuosa de la etapa a) se proporciona acidificando la sal de lactato de magnesio con HCl.

17. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que la mezcla acuosa de la etapa a) se proporciona acidificando la sal de lactato de magnesio con HCl y concentrando la mezcla acuosa así obtenida antes de la extracción hasta una concentración de sal disuelta de al menos 5 % en peso, con base en el peso total de agua y material disuelto en la mezcla acuosa.

18. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que la mezcla acuosa de la etapa a) se proporciona acidificando una mezcla de ácido láctico y sal de lactato de magnesio con HCl.
- 5 19. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 18, en el que dicha sal de lactato de magnesio se proporciona mediante un proceso de fermentación que comprende las etapas de fermentar una fuente de carbono por medio de un microorganismo en un caldo de fermentación para formar ácido láctico y neutralizar al menos parte del ácido láctico mediante la adición de una base de magnesio.
- 10 20. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 19, en el que el caldo de fermentación se somete a una etapa de concentración para aumentar la concentración del lactato de magnesio antes de la acidificación.
- 15 21. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 20 que comprende además someter el líquido residual acuoso que comprende cloruro de magnesio obtenido en la etapa b) a una etapa de descomposición térmica a una temperatura de al menos 300 °C, descomponiendo así el $MgCl_2$ en óxido de magnesio (MgO) y HCl.
- 20 22. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 21, en el que el MgO se recicla para uso en un proceso de fermentación como un agente neutralizante o como un precursor del mismo.
- 25 23. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 22, que comprende además poner MgO en contacto con agua, obteniendo de este modo una suspensión de hidróxido de magnesio.
24. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 21, en el que dicho HCl obtenido en la etapa de descomposición térmica se usa para acidificar lactato de magnesio obtenido en un proceso de fermentación ya sea como HCl gaseoso o como una solución acuosa de HCl, obteniéndose dicha disolución disolviendo el HCl formado en la etapa de descomposición térmica en el agua.
- 30 25. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 21 a 23 que comprende además disolver el HCl formado en la etapa de descomposición térmica en agua, obteniendo de este modo una solución de HCl.

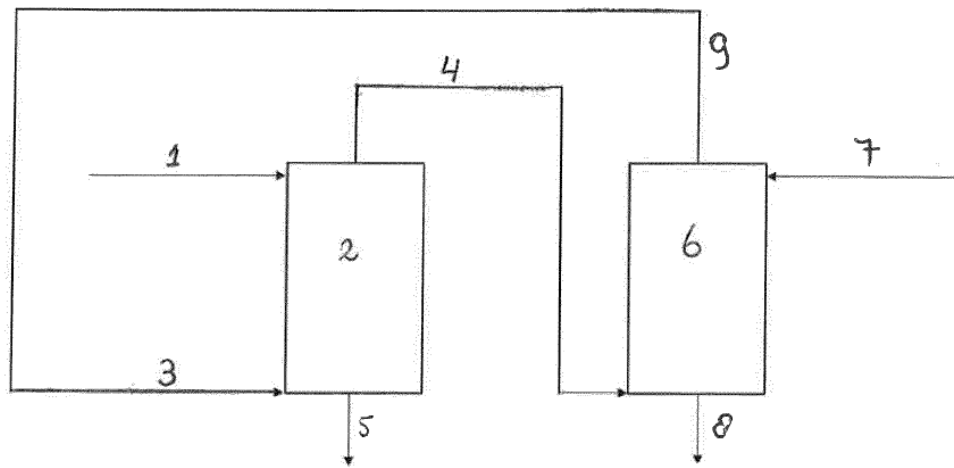


Figura 1